

木瓜籽油闪式提取工艺优化及不同产地 木瓜籽得油率比较

冯学花,陶阿丽,谢 伟

(安徽新华学院 药学院,合肥 230088)

摘要:以液料比、提取电压、提取时间为考察因素,木瓜籽得油率为考察指标,通过响应面法优化木瓜籽油的闪式提取工艺,并对不同产地木瓜籽得油率进行比较。结果表明:木瓜籽油最佳提取工艺条件为液料比 12:1、提取电压 175 V、提取时间 110 s,在此条件下木瓜籽得油率达 25.15%;通过比较发现,云南地区的木瓜籽得油率最高,陕西白河、安徽宣城的次之,重庆綦江的最低。

关键词:木瓜籽油;闪式提取;响应面法;不同产地

中图分类号:TS224;TS225

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)03-0010-04

Optimization of flash – extraction of oil from *Chaenomeles speciosa* Nakai seed and comparison of oil yields from different origins

FENG Xuehua, TAO Ali, XIE Wei

(Pharmacology College, Anhui Xinhua University, Hefei 230088, China)

Abstract: With ratio of solvent to material, extraction voltage and extraction time as investigation factors, oil yield as investigation index, the flash – extraction process of oil from *Chaenomeles speciosa* Nakai seed was optimized by response surface methodology. The oil yields from different origins were compared. The results showed that the optimal extraction process conditions of *Chaenomeles speciosa* Nakai seed oil were obtained as follows: ratio of solvent to material 12:1, extraction voltage 175 V and extraction time 110 s. Under these conditions, the oil yield of *Chaenomeles speciosa* Nakai seed was 25.15%. By comparison, the oil yield of *Chaenomeles speciosa* Nakai seed in Yunnan area was the highest, followed by Shaanxi Baihe and Anhui Xuancheng, which in Chongqing Qijiang was the lowest.

Key words: *Chaenomeles speciosa* Nakai seed oil; flash – extraction; response surface methodology; different origins

木瓜为蔷薇科植物贴梗海棠(*Chaenomeles speciosa* Nakai)的干燥成熟果实,具有健脾消食、抗疫杀虫、通乳抗癌、抗痉挛的功效^[1-3]。木瓜原产我国西南地区,现在南北各地多有栽培。木瓜籽是木瓜经食品加工后的副产物,大多被当成垃圾丢弃,造成

资源浪费。木瓜籽中含有多种活性成分,如三萜类、黄酮类等,脂肪含量可达 30% 左右。目前,国内对于木瓜籽油采用闪式提取方面的研究较少^[4-7]。

目前,常用的植物油脂提取方法有溶剂浸出法、压榨法和超临界 CO₂ 萃取法。压榨法虽然操作简单,但出油率低、劳动强度大、生产效率低。溶剂浸出法溶剂消耗大、提取时间长^[8-9]。近几年,虽然超临界萃取技术以其工艺简单、萃取效率高等优点被广泛应用,但是其设备成本及维护费用均较高,因此难以广泛普及^[10-12]。闪式提取技术是近年来发展起来的一种用于植物软、硬组织破碎的新型技术,主要用于食品、中药和化妆品等领域天然成分的提取。闪式提取主要是依靠高速机械剪切力和超动分子渗滤技术,在

收稿日期:2017-05-03;修回日期:2017-12-22

基金项目:安徽省大学生创新训练项目(201612216094);安徽新华学院校级科研项目(2016zr008);安徽新华学院校级骨干教师项目(2015xgg16);安徽省教育厅人才计划项目(gxyq2018123)

作者简介:冯学花(1979),女,副教授,硕士,主要从事药物分析工作(E-mail) fxf77@126.com。

溶剂存在下数秒内将植物的根、茎、果实等物料破碎至细微颗粒,有效成分迅速达到组织内外平衡,实现高效提取^[13-15]。本研究运用响应面法对木瓜籽油闪式提取工艺进行优化,并对不同产地木瓜籽得油率进行比较,旨在确立快速高效的木瓜籽油提取工艺,期为木瓜籽的综合开发利用提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

木瓜籽:取市售木瓜,切半取籽,清洗后 60℃ 烘干至恒重,粉碎,过 50 目筛,备用。石油醚(60~90℃),分析纯,济宁宏明化学试剂有限公司。

LN12-JHBE50T 闪式提取器:北京中西远大科技有限公司;RE-2000 型旋转蒸发器:上海洪旋实验仪器有限公司;AL204-IC 电子天平:瑞士梅特勒-托利多仪器(中国)有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 木瓜籽油的闪式提取

精密称取约 100 g 木瓜籽粉于烧杯中,加入石油醚适量,温度设置为 60℃,在一定电压条件下提取一定时间,过滤,减压回收溶剂,105℃ 干燥至恒重。

1.2.2 得油率的计算

得油率 = 提取所得木瓜籽油质量 / 木瓜籽粉质量 × 100%

2 结果与分析

2.1 单因素实验

2.1.1 液料比对得油率的影响

取木瓜籽粉适量,分别在液料比 4:1、6:1、8:1、10:1、12:1,提取电压 150 V 条件下提取 100 s,考察液料比对木瓜籽得油率的影响,结果见图 1。

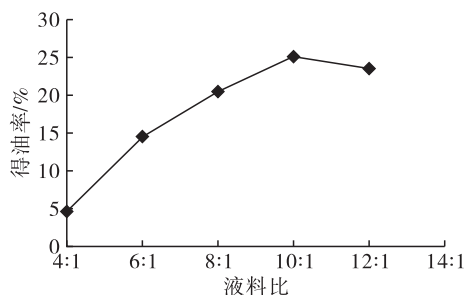


图 1 液料比对得油率的影响

由图 1 可见,开始时木瓜籽得油率随液料比的增加而增大,当液料比为 10:1 时,得油率达最高值为 25.12%,此后加大液料比得油率呈下降趋势。分析原因可能是前期溶剂用量增加而溶剂中的木瓜籽油浓度减少,形成浓度差,因此木瓜籽油扩散速度较快,当液料比达到 10:1 后,随着溶剂用量的增加,

木瓜籽得油率略有下降,原因可能是溶剂用量增加热能消耗较大,需要的时间也较长,溶剂回收时间亦延长,造成油脂在回收过程中的损失增多。因此,液料比宜选择在 10:1 左右。

2.1.2 提取时间对得油率的影响

取木瓜籽粉适量,在液料比 10:1,提取电压 150 V 条件下分别提取 30、60、90、120、150、180 s,考察提取时间对得油率的影响,结果见图 2。

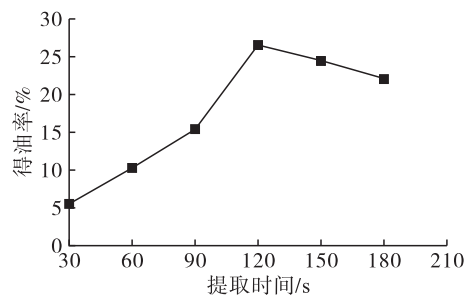


图 2 提取时间对得油率的影响

由图 2 可见,在前 120 s 内,木瓜籽得油率随提取时间的延长而增加,120 s 后呈现下降趋势,其中提取时间在 90~120 s 之间时,木瓜籽得油率明显上升,分析其原因可能因为刚开始时木瓜籽油没有完全浸润到溶剂中,随着提取时间的延长,闪式提取器探头不断剪切木瓜籽,木瓜籽中油脂被完全浸润后得油率增加,而提取时间延长到一定程度后,木瓜籽油在溶剂中达到饱和得油率不再增加,而提取溶剂温度会逐渐升高,出现溶剂挥发现象。因此,选择提取时间 120 s 左右较为合适。

2.1.3 提取电压对得油率的影响

取木瓜籽粉适量,在液料比 10:1,提取电压分别为 50、75、100、125、150、175、200 V 条件下提取 100 s,考察提取电压对得油率的影响,结果见图 3。

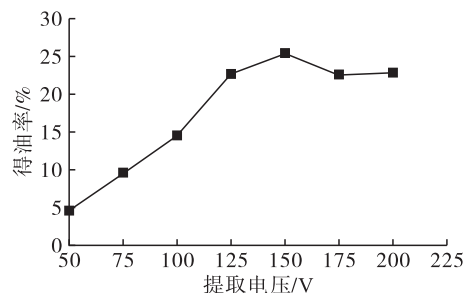


图 3 提取电压对得油率的影响

由图 3 可见,提取电压在 50~150 V 之间,木瓜籽得油率呈上升状态,150 V 以后得油率有所下降,可能因为提取电压的增高使闪式提取器的转速加大,由于高速运转的摩擦导致溶剂温度升高,加快了提取溶剂的挥发。因此,选择 150 V 左右的提取电压较为合适。

2.2 响应面优化实验

2.2.1 响应面实验设计及结果

在单因素实验的基础上,采用 Box - Behnken 的中心组合实验原理,选取液料比、提取电压和提取时间 3 个因素为自变量,以木瓜籽得油率为因变量,进行三因素三水平中心组合实验。响应面实验因素水平见表 1,响应面实验设计与结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 响应面实验因素水平

水平	A 液料比	B 提取电压/V	C 提取时间/s
-1	8:1	125	90
0	10:1	150	120
1	12:1	175	150

表 2 响应面实验设计与结果

实验号	A	B	C	Y 得油率/%
1	1	0	1	24.11
2	0	1	-1	24.48
3	0	0	0	24.81
4	1	0	-1	24.16
5	1	1	0	25.09
6	0	0	0	24.77
7	0	1	1	23.18
8	-1	1	0	23.65
9	-1	0	1	23.36
10	0	0	0	24.69
11	0	-1	-1	23.44
12	0	0	0	24.80
13	-1	0	-1	23.84
14	-1	-1	0	24.32
15	0	0	0	24.65
16	1	-1	0	24.55
17	0	-1	1	24.48

表 3 方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	p	显著性
模型	5.22	9	0.58	53.30	<0.000 1	极显著
A	0.94	1	0.94	86.27	<0.000 1	极显著
B	0.02	1	0.02	1.75	0.227 7	
C	0.08	1	0.08	7.17	0.031 6	显著
AB	0.37	1	0.37	33.65	0.000 7	极显著
AC	0.05	1	0.05	4.25	0.078 2	
BC	1.37	1	1.37	125.84	<0.000 1	极显著
A ²	0.14	1	0.14	13.18	0.008 4	极显著
B ²	0.10	1	0.10	9.54	0.017 6	显著
C ²	2.02	1	2.02	185.36	<0.000 1	极显著
残差	0.08	7	0.01			
失拟项	0.06	3	0.02	3.76	0.116 5	不显著
纯误差	0.02	4	4.98 × 10 ⁻³			
总差异	5.29	16				

由表 3 可知,回归模型极显著($p < 0.01$),失拟项不显著($p > 0.05$), $R^2 = 0.985 6$,信噪比为

22.955,大于 4,可知回归方程拟合度和可信度均很高,能够对木瓜籽得油率进行较好的预测。模型的一次项 A 对木瓜籽油提取的线性效应极显著($p < 0.01$),一次项 C 对木瓜籽油提取的线性效应显著($p < 0.05$);二次项 A²、C²对木瓜籽油提取的曲面效应极显著($p < 0.01$),B²对木瓜籽油提取的曲面效应显著($p < 0.05$);表明各影响因素对木瓜籽得油率的影响不是简单的线性关系。由模型拟合得到的回归方程为: $Y = 24.74 + 0.34A - 0.049B - 0.099C + 0.30AB + 0.11AC - 0.58BC - 0.18A^2 - 0.16B^2 - 0.69C^2$ 。

2.2.2 响应面优化与验证

应用 Design - Expert 8.0.5 软件求导,对实验结果进行优化,可得在液料比 11.89:1、提取电压 172.82 V、提取时间 108.74 s 条件下,木瓜籽得油率预测的最大值为 25.10%。考虑到实际操作性,对响应面二次回归所得最佳条件进行修正,确定木瓜籽得油率的最佳提取条件为:液料比 12:1,提取电压 175 V,提取时间 110 s。根据上述修正后条件,再平行提取木瓜籽 3 份,测得木瓜籽得油率平均值为 25.15%,实测值与预测值平均偏差为 0.20%,偏差较小,说明该模型有效。

2.3 不同产地木瓜籽得油率比较

按以上木瓜籽油的最佳闪式提取工艺,在液料比 12:1,提取电压 175 V,提取时间 110 s 条件下,提取 6 种不同产地木瓜籽油并比较得油率,结果见表 4。由表 4 可知,云南地区的木瓜籽得油率最高,陕西白河、安徽宣城的次之,重庆綦江的最低。

表 4 不同产地木瓜籽得油率

产地	采集时间	得油率/%
安徽宣城	2016 年 8 月	22.26
湖北恩施	2016 年 9 月	19.33
云南大理	2016 年 8 月	25.48
重庆綦江	2016 年 8 月	18.66
贵州正安	2016 年 9 月	20.58
陕西白河	2016 年 9 月	25.01

3 结论

通过单因素实验与响应面优化实验,得到木瓜籽油的最佳闪式提取工艺条件为液料比 12:1、提取电压 175 V、提取时间 110 s。在最佳工艺条件下,木瓜籽得油率为 25.15%。通过比较 6 种不同产地木瓜籽得油率发现,云南地区的木瓜籽得油率最高,可达 25.48%,陕西白河、安徽宣城的次之,重庆綦江的最低。

(下转第 16 页)

和冬化,即可达到一级压榨油的要求,常温储藏实验也验证了这个结果。

一般品质油茶籽,3种压榨工艺制得的油茶籽油微营养成分差异不明显,但液压压榨制得的油茶籽油磷含量、酸值、过氧化值均较低,因此该品质油茶籽加工出富营养高品质油茶籽油比较困难。品质较差的油茶籽,压榨工艺对油茶籽油品质基本无影响。无论何种品质油茶籽,采用液压压榨的干饼残油均偏高。

由于双螺旋和单螺旋压榨,具有处理量大的特点,对于大规模的油茶籽油工厂应作为压榨工艺首选,其次对优质原料可以采用液压压榨工艺,这样才能保证产品档次及加工效益。对于处理量较小或投资较少的油茶籽油工厂,压榨工艺应选择液压压榨或单螺旋压榨;由于液压压榨饼残油较高,因此需同时选择单螺旋压榨制油作为备用方法;如果原料品质较差,可以直接选择单螺旋压榨制油。

参考文献:

- [1] 李文林,黄凤洪,王利宾. 油茶籽加工和综合利用研究进展[J]. 中国油脂,2011,36(11):55-57
- [2] 尹岭,张笑明,李莉,等. 茶油对兔血脂及动脉粥样硬化的影响[J]. 食品科学,2011,32(7):289-293.
- [3] MA J L, YE H, RUI Y K, et al. Fatty acid composition of *Camellia oleifera* oil[J]. J Verbrauch Lebensm, 2011, 6(1):9-12.

(上接第12页)

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:34-35.
- [2] 张玲,谢晓梅,彭华胜,等. 不同产地木瓜药材中齐墩果酸和熊果酸的比较研究[J]. 中药材,2009,32(5):673-676.
- [3] 谢海伟,张斌,杨贤松,等. 宣木瓜有效成分的研究进展[J]. 中药材,2012,35(1):157-161.
- [4] 邓叶俊,黄立新,张彩,等. 木瓜籽油制备及性质的研究进展[J]. 中国油脂,2017,42(1):6-10.
- [5] 王国娥,陈红惠. 酸木瓜籽油提取工艺优化研究[J]. 文山学院学报,2016,29(3):97-100.
- [6] 王鑫,赵梅,慕鸿雁. 超声波辅助提取木瓜籽油的工艺研究[J]. 粮食与油脂,2015,8(6):25-27.
- [7] 唐春红,项昭保,任绍光,等. 木瓜中齐墩果酸的提取工艺研究[J]. 食品工业科技,2000,21(4):10-12.
- [8] 魏贞伟,陈玉宏,王俊国. 压榨法生产葡萄籽油及精炼

- [4] LEE S Y, YHUNGUNG M, YOON S H. Optimization of the refining process of camellia seed oil for edible purposes[J]. Food Sci Biotechnol, 2014,23(1):65-73.
- [5] DU L C, WU B L, CHEN J M. Flavonoid triglycosides from the seeds of *Camellia oleifera* Abel[J]. Chin Chem Lett, 2008, 19(11):1315-1318.
- [6] 彭阳生,奚如春. 油茶栽培及茶籽油制取[M]. 北京:金盾出版社,2006:1.
- [7] 罗凡,费学谦,李康雄,等. 预处理条件对油茶籽液压榨油效率和品质的影响研究[J]. 中国粮油学报,2016,31(4):94-99.
- [8] 郭少海,刘瑞新,罗凡,等. 浓香油茶籽油加工工艺的研究[J]. 中国油脂,2015,40(7):1-5.
- [9] 李彦华. 螺旋榨油机的正确使用与保养[J]. 河北农业科技,2003(2):24.
- [10] 李诗龙. 双螺杆榨油机国内外研究进展[J]. 中国油脂,2005,30(12):13-16.
- [11] 孙昭巍. 液压榨油机使用技术要点[J]. 农家科技,2014,40(1):44.
- [12] 罗凡,费学谦,方学智,等. 油茶籽采摘时间对茶油品质的影响研究[J]. 江西农业大学学报,2012,34(1):87-92.
- [13] 郭少海,王亚萍,罗丹,等. 油茶籽化妆品基础油脱胶工艺的研究[J]. 中国油脂,2016,41(9):13-17.
- [14] ZHONG H Y, BEDGOOD D R, BISHOP A G, et al. Endogenous biophenols, fatty acid and volatile profiles of selected oils[J]. Food Chem, 2007, 100(4):1544-1551.

- 工艺实践[J]. 中国油脂,2015,40(2):16-18.
- [9] 陈利涛,陈燕,石珊珊. 亚麻籽压榨制油工艺的研究[J]. 中国油脂,2010,35(7):16-18.
- [10] 林海. 木瓜籽油超临界 CO₂ 提取及其成分分析[J]. 北方园艺,2012(6):28-29.
- [11] 邓楚津,董强,张常松,等. 神经网络优化番木瓜籽油的超临界 CO₂ 萃取工艺[J]. 中国粮油学报,2012,27(2):47-51.
- [12] 王文成,饶建平,张远志,等. 超临界 CO₂ 萃取罗汉果渣油工艺研究及其油脂成分分析[J]. 中国油脂,2017,42(1):125-129.
- [13] 王海波,李昌宝,李杰民,等. 闪式提取法提取余甘子籽油[J]. 食品工业科技,2013,34(7):286-289.
- [14] 章挺,温世钊,杨海宽,等. 闪式提取樟树籽油工艺优化[J]. 南方林业科学,2016,44(3):52-55.
- [15] 唐伟卓,赵余庆. 油茶不同部位脂肪酸的闪式提取和 GC 测定[J]. 食品研究与开发,2013,34(11):61-64.